



TITLE:

Effect of Grain Size on the Hydrogen Embrittlement Behaviors in High-manganese Austenitic Steels(Abstract_要旨)

AUTHOR(S):

Bai, Yu

CITATION:

Bai, Yu. Effect of Grain Size on the Hydrogen Embrittlement Behaviors in High-manganese Austenitic Steels. 京都大学, 2015, 博士(工学)

ISSUE DATE:

2015-09-24

URL:

<https://doi.org/10.14989/doctor.k19308>

RIGHT:

許諾条件により本文は2018-09-30に公開; 学位規則第9条第2項により要約公開; 許諾条件により要約は2016-09-23に公開; 許諾条件により要旨は2015-12-23に公開

京都大学	博士（工学）	氏名	白 玉
論文題目	Effect of Grain Size on the Hydrogen Embrittlement Behaviors in High-manganese Austenitic Steels （高 Mn オーステナイト鋼の水素脆化挙動に及ぼす結晶粒径の影響）		
<p>（論文内容の要旨）</p> <p>本論文は、二種類の高 Mn オーステナイト鋼において完全再結晶組織を有する平均粒径 1 μm 以下の超微細粒材を作製し、得られた超微細粒材を含む種々の粒径の試料に対して電解水素チャージ法と低ひずみ速度引張試験等を実施することによって、水素脆化挙動におよぼす結晶粒径の影響を系統的に調査した実験研究の成果を取りまとめたものであり、6 章からなっている。</p> <p>第 1 章は序論であり、本研究の背景と目的を示している。近年、構造用金属材料に対する高強度化の要求は大変強くなっている。結晶粒超微細化は、合金元素の添加なしに、また材料の靱性を低下することなしに金属系材料の高強度化を実現できる方法として注目されている。一方、環境中の水素が侵入することで材料の機械的性質（強度、延性または靱性など）が低下する現象を水素脆化と呼ぶが、鉄鋼材料を高強度化するにつれ水素脆化感受性が高まることが知られており、高強度鋼の社会実装上における大きな問題となっている。高 Mn オーステナイト鋼は、変形中に多数の変形双晶が生成し、それによって加工硬化率が大きく増大する結果、高い強度と大きな延性を両立することができる。こうした効果は双晶誘起塑性（Twinning Induced Plasticity: TWIP）とも呼ばれ、自動車用材料などへの応用を視野に、注目が高まっている。高 Mn 鋼を含むオーステナイト鋼においても水素脆化が発現することが近年明らかになりつつあるが、結晶粒超微細化により高強度化された材料における水素脆化挙動は、その多くが不明である。本研究は、まず第一に高 Mn オーステナイト鋼の完全再結晶状態での結晶粒径を 1 μm 以下に超微細化することを試み、開発した加工熱処理プロセスにより得られる種々の結晶粒径の試料を用いることによって、高 Mn オーステナイト鋼における結晶粒径と水素脆化挙動の関連性を基礎的に明らかにしようとするものである。</p> <p>第 2 章では、31Mn-3Al-3Si 鋼および 22Mn-0.6C 鋼に対して通常の圧延と低温焼鈍を組合せて適用することにより、平均粒径 1 μm 以下の完全再結晶組織を有する超微細粒試料を得ることに成功している。31Mn-3Al-3Si 鋼の場合には、通常の 92%冷間圧延と低温焼鈍により、平均粒径 560nm の完全再結晶超微細粒組織を得ている。高強度で加工性に乏しい 22Mn-0.6C 鋼の場合には、冷間圧延と焼鈍を 4 回繰り返す加工熱処理法を考案し、やはり平均粒径 580nm の完全再結晶超微細粒組織を得ることに成功した。これは、極めて大きな塑性ひずみを材料に与えるいわゆる巨大ひずみ加工を必要としない、工業的な展開も可能な簡便な加工熱処理プロセスによって平均結晶粒径数百 nm の完全再結晶組織を獲得することに成功した初めての成果である。加工熱処理プロセス中の組織発展過程とともに、得られた超微細粒材料を含む種々の結晶粒径の試料の基本的な力学特性を調査し、結晶粒径との関連性を明らかにしている。</p> <p>第 3 章では、先のプロセスにより得られた種々の粒径（平均粒径 0.56 μm～19 μm）を有する 31Mn-3Al-3Si 鋼に対して、陰極電解チャージ法により水素を導入した後、室温における低ひずみ速度引張試験を実施して、水素脆化挙動を評価している。結晶粒微細化とともに陰極電解チャージ法</p>			

京都大学	博士（工学）	氏名	白 玉
<p>により導入される拡散性水素濃度が増加することを見出すとともに、拡散性水素濃度の増加にも関わらず、結晶粒微細化によって水素チャージ材の全伸びの低下が抑制されることを明らかにした。超微細粒材においては、降伏応力および破断応力は水素チャージにほとんど影響されず、破面観察より、破壊様式は延性破壊であることを示した。</p> <p>第4章では、より高強度材である 22Mn-0.6C 鋼（粒径 0.58 μm、21 μm）の水素脆化挙動を調べている。31Mn-3Al-3Si 鋼と比べ、同じ電解チャージ条件下で 22Mn-0.6C 鋼に導入される水素量が非常に少ないことを見出した。電解チャージにより導入される水素濃度の結晶粒径による変化は比較的小さいが、水素チャージ材は塑性不安定条件を満たす前に破断を起こし、未チャージ材と比べて延性が低下することを明らかにした。また、3点曲げ試験によって各試料の見かけの破壊靱性値を測定し、結晶粒超微細化によって水素導入による破壊靱性値の低下を抑制できることを示した。第3章および第4章の結果より、いずれの材料においても結晶粒径を微細化することによって水素脆化が抑制できることが明らかとなった。こうした結果に対し、単位体積あたりの結晶粒界面積を計算し、仮に拡散性水素の全てが粒界に偏析していたとしても、微細粒材および超微細粒材においては単位粒界面積あたりの水素濃度が粗大粒材よりも低くなること、また変形中の転位のパイルアップによる粒界部の応力集中が微細粒ほど小さくなり、拡散性水素の集積も抑制され则认为られることをもとに、上記の粒径依存性を説明している。</p> <p>第5章では、22Mn-0.6C 鋼（粒径 0.58 μm、21 μm）の切欠試験片を用いた引張試験を種々の変形量で中断し、観察されるクラックの数や大きさの分布を SEM 像から詳細に調べ、さらに材料組織との対応を SEM/EBSD 法を用いて明らかにすることによって、水素誘起裂の発生および進展経路の組織的特徴を明らかにしている。いずれの場合においても、ほとんどのき裂は結晶粒界上に発生して粒界上を進展しており、高 Mn オーステナイト鋼における水素脆化は結晶粒界の影響を強く受けることを明らかにした。この結果は、第3章および第4章で得られた水素脆化の結晶粒径依存性に対する前述の説明の妥当性を裏付けるものである。</p> <p>第6章は結論であり、本論文で得られた成果を要約し、総括している。</p>			

(論文審査の結果の要旨)

本論文は、高強度・高延性材料として注目される二種類の高 Mn オーステナイト鋼 (Fe-31Mn-3Al-3Si および Fe-22Mn-0.6C (mass%)) を用いて、通常の冷間圧延と熱処理を組み合わせた加工熱処理法により、平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の完全再結晶組織を有する超微細粒試料を得ることに成功し、開発したプロセスにより作製した種々の結晶粒径の試料を用いて、その水素脆化挙動を系統的に調査した研究成果をまとめたものであって、得られた主な成果は次の通りである。

1. 2 種類の高 Mn 鋼 (31Mn-3Al-3Si 鋼および 22Mn-0.6C 鋼) に対して通常の圧延と低温焼鈍を組み合わせることにより、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の完全再結晶組織を有する超微細粒試料を得ることに成功した。特に高強度で加工性に乏しい 22Mn-0.6C 鋼の場合には、新しい繰り返し加工熱処理法を考案することによって、超微細粒バルク材を得ることに成功した。これは、いわゆる巨大ひずみ加工を必要とせずに、工業的な応用も可能な簡便な加工熱処理プロセスによって平均結晶粒径数百 nm の完全再結晶組織を獲得することに成功した初めての成果であり、高く評価できる。
2. 本研究で得られた種々の結晶粒径の高 Mn 鋼に対して、陰極電解チャージ法により水素を導入し、低ひずみ速度引張試験を行うことによって、それら試料の水素脆化挙動に及ぼす結晶粒径の影響を、初めて系統的に明らかにした。特に、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下までの結晶粒超微細化によって、高 Mn 鋼の水素脆化（延性と破壊靱性の低下、および脆性破面の発生の抑制）が達成できることを示した点は、高 Mn オーステナイト鋼に関する基礎研究成果としても、同材料の実用を考えた上でも極めて重要な成果である。
3. 22Mn-0.6C 鋼の水素脆化に伴うクラックの発生箇所を組織学的に調査し、ほとんどの場合、クラックは粒界で発生し、粒界に沿って伝播することを明らかにした。これは、高 Mn オーステナイト鋼の水素脆性における結晶粒界の重要性を明確に示した特筆すべき研究成果である。得られた実験結果をもとに、結晶粒微細化によって単位粒界面積あたりの水素濃度が低下すること、また変形中の転位のパイルアップによる応力集中が微細粒ほど低減され、それに伴う変形中の水素集積も抑制されると考えられることから、水素脆化に及ぼす結晶粒径の影響を説明している。

以上の成果をまとめた本論文は、二種類の高 Mn オーステナイト鋼の完全再結晶粒径を約 500nm まで超微細化することに初めて成功し、系統的に結晶粒径を変化させた試料の水素脆化挙動を詳細に調べて粒径の効果を基礎的に明らかにしたものであって、学術上寄与するところが少なくない。よって、本論文は博士（工学）の学位論文として価値あるものと認める。また、平成 27 年 8 月 25 日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行って、申請者が博士後期課程学位取得基準を満たしていることを確認し、合格と認めた。

なお、本論文は、京都大学学位規程第 14 条第 2 項に該当するものと判断し、公表に際しては、(平成 30 年 9 月 29 日までの間) 当該論文の全文に代えてその内容を要約したものとすることを認める。

要旨公開可能日： 平成 27 年 12 月 23 日以降